

BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑪ **DE 3328131 A1**

⑳ Aktenzeichen: P 33 28 131.9
㉑ Anmeldetag: 4. 8. 83
㉒ Offenlegungstag: 21. 2. 85

⑤ Int. Cl. 3:
C09D 5/42
C 09 D 3/72
C 08 G 18/77
C 08 G 18/42

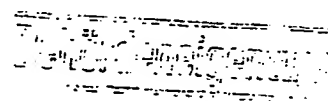
DE 3328131 A1

① Anmelder:

Chemische Werke Hüls AG, 4370 Marl, DE

⑦ Erfinder:

Gras, Rainer, Dr., 4630 Bochum, DE; Riemer, Heinz,
Dr., 4250 Bottrop, DE



④ Pulverlacke auf der Basis teilblockierter IPDI-Isocyanurate und hydroxylgruppenhaltiger Polyester sowie ein Verfahren zur Herstellung matter Überzüge

Die Erfindung betrifft lagerstabile Pulverlacke auf der Basis von hydroxylgruppenhaltigen Polyestern mit einem Schmelzpunkt über 130°C, teilweise mit ϵ -Caprolactam blockierten IPDI-Isocyanuraten mit einem Schmelzpunkt über 130°C und einem freien NCO-Gehalt zwischen 2 und 8 Gewichtsprozent sowie sonstigen Zusätzen, die nach Aushärtung matte Überzüge ergeben.

Patentansprüche:

1. Lagerstabile Pulverlacke mit einer Korngröße kleiner als 100 μm ,
die nach Aushärtung bei 170 bis 220 $^{\circ}\text{C}$ matte Überzüge ergeben,
5 auf der Basis eines Stoffgemisches aus
- hydroxylgruppenhaltigen Polyestern,
 - blockierten Polyisocyanaten sowie
 - sonstigen Zusätzen,
- 10 dadurch gekennzeichnet,
daß man als blockierte Polyisocyanate teilweise mit ϵ -Caprolac-
tam blockierte IPDI-Isocyanurate mit einem Schmelzpunkt über
130 $^{\circ}\text{C}$ und einem freien NCO-Gehalt zwischen 2 und 8, vorzugs-
15 weise zwischen 3 und 7 Gewichtsprozent einsetzt.
2. Lagerstabile Pulverlacke gemäß Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet,
daß man partiell blockierte IPDI-Isocyanurate einsetzt, die durch
20 Umsetzung von IPDI-Isocyanuraten mit ϵ -Caprolactam im NCO/
NH-Verhältnis von 1 : x mit $0,4 < x < 0,9$, vorzugsweise
 $0,5 < x < 0,8$, erhalten werden.
3. Lagerstabile Pulverlacke nach Anspruch 1 oder 2,
25 dadurch gekennzeichnet,
daß man als Polyester die Reaktionsprodukte einsetzt, die man
durch Umsetzung von Terephthalsäure und/oder Dimethyltere-
phthalat mit Hexandiol-1,6, Neopentylglykol, 1,4-Dimethylol-
cyclohexan und Trimethylolpropan erhält.

4. Lagerstabile Pulverlacke gemäß Anspruch 3,

dadurch gekennzeichnet,

daß man Polyester mit Hydroxylzahlen zwischen 10 und 200, vorzugsweise zwischen 20 und 100, einsetzt.

5

5. Lagerstabile Pulverlacke nach den Ansprüchen 1 bis 4,

dadurch gekennzeichnet,

daß Polyester und teilweise blockierte IPDI-Isocyanurate im OH/NCO-Verhältnis von $x : 1$ mit $0,8 > x > 1,2$, vorzugsweise $0,9 > x > 1,1$, eingesetzt werden.

10

6. Lagerstabile Pulverlacke nach den Ansprüchen 1 bis 5,

dadurch gekennzeichnet,

daß sie, bezogen auf das Bindemittel, 0,01 bis 1 Gewichtsprozent, vorzugsweise 0,1 bis 0,6 Gewichtsprozent, Di-n-butylzinndilaurat enthalten.

15

7. Verfahren zur Herstellung von Überzügen mit matter Oberfläche,

dadurch gekennzeichnet,

daß man den Pulverlack gemäß den Ansprüchen 1 bis 6 in einem Extruder bei einer Temperatur von 90 bis 130 °C, vorzugsweise bei 100 bis 120 °C, extrudiert, auf die zu lackierenden Gegenstände appliziert und innerhalb von 35 bis 6 Minuten bei 170 bis 220 °C, vorzugsweise innerhalb von 25 bis 8 Minuten bei 180 bis 200 °C, aushärtet.

20

)

25

Pulverlacke auf der Basis teilblockierter IPDI-Isocyanurate und
hydroxylgruppenhaltiger Polyester sowie ein Verfahren zur Her-
stellung matter Überzüge

Seit geraumer Zeit gibt es ein zunehmendes Interesse an Pulverlacken,
die eine matte Oberfläche ergeben. Die Ursache dafür ist überwiegend
praktischer Art. Glänzende Flächen erfordern ein weitaus höheres
Maß an Reinigung als matte Flächen. Darüber hinaus kann es aus si-
5 cherheitstechnischen Gründen wünschenswert sein, stark reflektie-
rende Flächen zu vermeiden.

Das einfachste Prinzip, eine matte Oberfläche zu erhalten, besteht
darin, dem Pulverlack je nach Ausmaß des gewünschten Matteffekts
10 kleinere oder größere Mengen Füllstoffe, wie z. B. Kreide, feinver-
teiltes Siliciumdioxid, Bariumsulfat, oder unverträgliche Zusatz-
stoffe, wie Wachse, Cellulosederivate, beizumischen. Diese Zusätze
bewirken jedoch eine Verschlechterung der lacktechnischen Filmei-
genschaften.

15

Mit Beginn der 70er Jahre setzte eine Entwicklung von Pulverlacken
ein, in deren Folge unterschiedliche Reaktivitäten zur Einstellung
des Matteffekts benutzt wurden.

20 Aus der niederländischen Anmeldung 68 06 930 ist bekannt, daß ein
Mattierungseffekt dadurch erhalten wird, daß man das Epoxidharz
gleichzeitig mit Sulfaminsäure und wenigstens 2 % Trimellithsäure-
anhydrid aushärtet.

25 Die DE-OS 21 47 653 beschreibt ein Lackpulvergemisch mit Matt-
effekt, das durch mechanisches Mischen von wenigstens zwei Lack-
pulvern unterschiedlicher Epoxidharz/Härter-Systeme mit voneinan-
der abweichendem Schmelzbereich hergestellt wird.

Auch das Verfahren der DE-OS 22 47 779 geht von einem Gemisch zweier Lackpulver aus, die sich durch die An- bzw. Abwesenheit eines Härtungsbeschleunigers unterscheiden.

- 5 In der DE-PS 23 24 696 wird ein Verfahren zur Herstellung von Überzügen auf Epoxidharzbasis mit matter Oberfläche vorgestellt, bei dem ein Spezialhärter - das Salz von cyclischen Amidinen mit bestimmten Polycarbonsäuren - zum Einsatz kommt. Tatsächlich hat sich aufgrund seiner hervorragenden lacktechnischen Eigenschaften nur dieses Ver-
10 fahren auf dem Markt durchsetzen können; der Verfahrensablauf wurde inzwischen verbessert (vgl. DE-OS 30 26 455).

Zur Herstellung von Überzügen, die weitgehende Wetterstabilität und Lichtechtheit aufweisen sollen, eignen sich die aufgeführten Epoxid-
15 harzsysteme indessen nicht. Für diese Einsatzgebiete kommen vor allem Pulverlacke auf Polyesterbasis und ϵ -Caprolactam blockierter aliphatischer Polyisocyanate infrage.

So beschreibt beispielsweise die DE-OS 21 05 777 pulverförmige Über-
20 zugsmittel, die aus hydroxylgruppenhaltigen Polyestern und aus ϵ -Caprolactam blockiertem Isophorondiisocyanat (IPDI) oder dessen Addukten mit Polyolen bestehen.

Die DE-OS 29 29 150 beschreibt pulverförmige Überzugsmassen auf
25 der Basis von zwischen 40 bis 120 °C schmelzenden hydroxylgruppenhaltigen Polyestern und teilweise mit ϵ -Caprolactam blockierten IPDI-Addukten. Als geeignete IPDI-Addukte werden neben den Reaktionsprodukten mit Polyolen und Wasser unter anderem auch das trimerisierte IPDI allein oder im Gemisch mit monomerem IPDI auf-
30 führt.

Wie aus den Beispielen hervorgeht, ergeben die Pulverlacke, die mit ϵ -Caprolactam blockierten IPDI-Derivaten gehärtet werden, stets

Überzüge mit glänzender Oberfläche.

5 Ziel der vorliegenden Erfindung war es nun, Pulverlacke auf der Basis von Polyestern und mit ϵ -Caprolactam blockierten Polyisocyanaten zu entwickeln, die beim Aushärten eine matte Oberfläche ergeben.

10 Es wurden jetzt die in den Ansprüchen 1 bis 5 aufgeführten Pulverlackgemische, bestehend aus Polyestern, teilweise mit ϵ -Caprolactam blockierten IPDI-Isocyanuraten und gegebenenfalls in der PUR-Chemie üblichen Zusätzen gefunden. Überraschend ist, daß man trotz des Einsatzes von teilweise blockiertem monomerfreien IPDI-Isocyanurat mit einem Schmelzpunkt über 130 °C, insbesondere über 140 °C, Überzüge mit guten Verlaufseigenschaften erhält, da damit
15 die aus dem Stand der Technik bekannte Obergrenze von 120 °C deutlich überschritten wird (vgl. EP-OS 0 009 694, Seite 2, Zeile 29, bis Seite 3, Zeile 3). Es war nicht vorhersehbar, daß die in Anspruch 1 angegebene Pulverlackmischung Überzüge mit matter Oberfläche ergeben würde.

20 Gegenstand dieser Erfindung ist auch ein Verfahren zur Herstellung matter Überzüge.

Die erfindungsgemäß zu verwendenden hydroxylgruppenhaltigen Polyester werden in an sich bekannter Weise durch Umsetzung von Polycarbonsäuren, ihrer Anhydride oder ihrer Methylester mit Diolen
25 und/oder Polyolen erhalten, wobei durch geeignete Wahl des COOH/OH-Verhältnisses Hydroxylzahlen der Polyester zwischen 10 und 200, bevorzugt zwischen 20 und 100 mg KOH/g erreicht werden.

30 Üblicherweise geht man von cyclischen Polycarbonsäuren, insbesondere aromatischen Di- und Tricarbonsäuren, wie Phthalsäure, Isophthalsäure, Terephthalsäure, Benzol-1,3,5-tricarbonsäure, Trimellithsäureanhydrid oder Dimethylterephthalat (DMT), aus. Bezogen auf

die Gesamtmenge der Säuren können bis zu 20 Gewichtsprozent auch durch aliphatische Polycarbonsäuren mit 4 bis 14 C-Atomen ersetzt sein. Beispiele hierfür sind Adipinsäure, 2,2,4- und/oder 2,4,4-Trimethyladipinsäure, Sebacinsäure und Dodecandisäure.

5

Die zur Veresterung geeigneten Diole umfassen Alkylen- und Cycloalkylendiole mit 2 bis 8 C-Atomen, die durch Alkylgruppen substituiert sein können, wie z. B. Neopentylglykol und 1,4-Bishydroxymethylcyclohexan.

10

Als Polyole kommen mehrfunktionelle Alkohole mit bis zu 12 C-Atomen infrage, wie z. B. Glycerin, Hexantriol-1,2,6, Pentaerythrit, Trimethylolpropan und Trimethylolethan.

15

Die Erweichungstemperaturen der Polyester müssen so niedrig liegen, daß sie sich bei Temperaturen zwischen 70 und 120 °C mit den bei der Herstellung der Überzüge verwendeten Zusätze verarbeiten lassen.

20

Die erfindungsgemäßen partiell blockierten IPDI-Isocyanurate werden üblicherweise dadurch hergestellt, daß man IPDI in Gegenwart eines geeigneten Katalysatorsystems trimerisiert und die dann noch verbleibenden NCO-Gruppen teilweise mit ϵ -Caprolactam blockiert. Die erste Reaktionsstufe, die katalytische Trimerisierung, liefert kein einheitliches Produkt. Vielmehr erhält man Oligomere des IPDI, die mindestens einen Isocyanuratring und 3 freie NCO-Gruppen enthalten und die hier - der Einfachheit halber - als IPDI-Isocyanurate bezeichnet werden.

25

30

Besonders geeignet für die Trimerisierung von IPDI ist das in der DE-OS 26 44 684 beschriebene Katalysatorsystem aus 1,4-Diazabicyclo-(2,2,2), -octan und Propylenoxid-1,2. Die Trimerisierung kann

in Substanz oder in inerten organischen Lösungsmitteln vorgenommen werden. Zur Durchführung des Trimerisierungsverfahrens ist es wesentlich, die Reaktion bei einem bestimmten NCO-Gehalt der Mischung abubrechen und zwar vorzugsweise dann, wenn 30 bis 50 % der NCO-
5 Gruppen unter Trimerisierung reagiert haben. Das nicht umgesetzte IPDI wird dann durch Dünnschichtdestillation vom Isocyanurat abgetrennt.

Reines IPDI hat einen NCO-Gehalt von 37,8 %. Der theoretische NCO-
10 Wert des trimerisierten IPDI ist 18,9 %, in praxi liegt er bei 17 bis 18 %.

Bei der anschließenden Blockierung, die an sich bekannt ist (vgl. DE-OS 29 29 150), wird das Blockierungsreagenz ϵ -Caprolactam
15 zweckmäßigerweise in einer solchen Menge eingesetzt, daß auf ein freies NCO-Äquivalent 0,4 bis 0,8, vorzugsweise 0,5 bis 0,7 NH-Äquivalente des ϵ -Caprolactams kommen.

Der Polyester und das als Härter eingesetzte partiell blockierte IPDI-
20 Isocyanurat werden in solchen Mengenverhältnissen gemischt, daß im Pulverlack auf ein OH-Äquivalent des Polyesters 0,5 bis 1,3, vorzugsweise 0,9 bis 1,1 freie und mit ϵ -Caprolactam blockierte NCO-Äquivalente kommen.

25 Zu den beschriebenen Bindemittelkombinationen werden noch Verlaufsmittel in Mengen von 0,1 bis 1 Gewichtsteil, vorzugsweise 0,3 bis 0,7 Gewichtsteile, üblicherweise als Polyacrylsäureester, pro 100 Gewichtsteile Bindemittel zugesetzt. Weitere Zusätze umfassen typischerweise Füllstoffe, wie z. B. mikronisierte Kreide (z. B.
30 DURCAL® 5 der Fa. Omya, Köln), Pigmente, wie z. B. Titandioxid, und Beschleuniger, wie z. B. der in Beispiel 4.1 angegebene Katalysator-Masterbatch.

Als Katalysatoren werden vorzugsweise Zinnverbindungen, wie z. B. Di-n-butylzinndilaurat, eingesetzt. Ihre Menge beträgt - bezogen auf das Bindemittel 0,01 bis 1, vorzugsweise 0,1 bis 0,5 Gewichtsprozent.

5

Mit den erfindungsgemäßen Pulverlacken lassen sich Überzüge mit matter Oberfläche herstellen.

10

Auch durch die Verwendung von Harzen und Härtern mit unterschiedlichen Schmelzpunkten sowie durch den unterschiedlichen freien NCO-Gehalt läßt sich der Mattierungsgrad beeinflussen. Schließlich wirkt sich auch der Zusatz der beschriebenen Katalysatoren auf den Glanzgrad aus.

15

Die Herstellung der Pulverlacke erfolgt beispielsweise in der Weise, daß man die einzelnen Komponenten (Polyester, blockierte IPDI-Iso-cyanurate und die für Pulverlacke üblichen Zusätze) mahlt, sofern dies erforderlich erscheint, mischt und bei 90 bis 130 °C, vorzugsweise bei 100 bis 120 °C, extrudiert.

20

Das abgekühlte Extrudat wird auf eine Korngröße kleiner als 100 µm gemahlen. Anschließend werden gegebenenfalls die größeren Fraktionen durch Siebung entfernt und zur Mühle zurückgeführt.

25

Die Applikation des Pulverlacks auf die zu überziehenden Substrate kann nach bekannten Methoden erfolgen, z. B. durch elektrostatisches Pulverspritzen, Wirbelsintern oder elektrostatisches Wirbelsintern. Anschließend werden die lackierten Gegenstände 35 bis 6 Minuten im Temperaturbereich zwischen 170 bis 220 °C, vorzugsweise

30

25 bis 8 Minuten zwischen 180 bis 200 °C, ausgehärtet.

Zur Beschichtung mit den erfindungsgemäßen pulverförmigen Überzugsmitteln eignen sich alle Substrate, die die angegebenen Härtungs-

temperaturen vertragen, z. B. Metalle, Glas, Keramik oder Kunststoff.

Die so hergestellten Pulverbeschichtungen zeichnen sich durch sehr gute lacktechnische Eigenschaften aus.

1. Herstellung des IPDI-Isocyanurats

Beispiel 1.1

10

1 000 Gewichtsteile IPDI wurden mit 5 Gewichtsteilen Trimerisierungskatalysator (Mischung aus 1,4-Diazabicyclo-(2,2,2)-octan und Propylenoxid-1,2 im Gewichtsverhältnis 1 : 2) drei Stunden auf 120 °C erhitzt, wobei der NCO-Gehalt des Einsatzprodukts von 37,8 % auf 28 % fiel. Das Reaktionsgemisch wurde zur Abtrennung des monomeren IPDI einer Dünnschichtdestillation bei 150 bis 160 °C und 0,1 mbar unterworfen. Das Produkt wies folgende Eigenschaften auf:

15

NCO-Gehalt : 17,4 Gewichtsprozent

Monomergehalt : <0,7 Gewichtsprozent

20

Schmelzbereich : 100 - 105 °C

2. Blockierung der IPDI-Isocyanurate

Beispiel 2.1

25

Zu 1 000 Gewichtsteilen IPDI-Isocyanurat wurden bei 130 bis 140 °C in einem Knetter 234,4 Gewichtsteile ϵ -Caprolactam zugesetzt. Zur Vervollständigung der Reaktion mußte das Reaktionsgemisch noch eine Stunde bei 130 °C gehalten werden.

30

NCO frei : 6,8 Gewichtsprozent

NCO blockiert : 7,1 Gewichtsprozent

Schmelzbereich : 133 - 141 °C

Glasumwandlungstemperatur (DTA) : 90 - 105 °C

Beispiel 2.2

5 Zu 486,3 Gewichtsteilen IPDI-Isocyanurat und 0,6 Gewichtsteilen Di-
n-butylzinndilaurat, gelöst in 400 Gewichtsteilen wasserfreiem Aceton,
gab man bei 60 bis 70 °C portionsweise 113,7 Gewichtsteile ε-Capro-
lactam. Anschließend wurde das Reaktionsprodukt drei bis fünf Stun-
den bei 70 °C gehalten, das Lösemittel abdestilliert und der Rück-
stand bei 80 bis 90 °C und 1 mbar getrocknet.

	NCO frei	: 6,6 Gewichtsprozent
10	NCO blockiert	: 7,1 Gewichtsprozent
)	Schmelzbereich	: 143 - 145 °C
	Glasumwandlungstemperatur (DTA):	98 - 115 °C

Beispiel 2.3

15 1 000 Gewichtsteile IPDI-Isocyanurat wurden mit 304,9 Gewichtsteilen
ε-Caprolactam gemäß Beispiel 2.1 zur Reaktion gebracht.

	NCO frei	: 4,5 Gewichtsprozent
	NCO blockiert	: 8,5 Gewichtsprozent
20	Schmelzbereich	: 138 - 148 °C
	Glasumwandlungstemperatur (DTA):	96 - 111 °C

Beispiel 2.4

25 1 000 Gewichtsteile IPDI-Isocyanurat wurden mit 351,7 Gewichtsteilen
ε-Caprolactam gemäß Beispiel 2.1 zur Reaktion gebracht.

	NCO frei	: 3,1 Gewichtsprozent
	NCO blockiert	: 9,6 Gewichtsprozent
	Schmelzbereich	: 140 - 150 °C
30	Glasumwandlungstemperatur (DTA):	110 - 119 °C

Vergleichsbeispiel A

1 000 Gewichtsteile IPDI-Isocyanurat wurden mit 187,6 Gewichtsteilen ϵ -Caprolactam gemäß Beispiel 2.1 zur Reaktion gebracht.

5	NCO frei	: 8,6 Gewichtsprozent
	NCO blockiert	: 5,9 Gewichtsprozent
	Schmelzbereich	: 121 - 128 °C
	Glasumwandlungstemperatur (DTA):	88 - 99 °C

10 Vergleichsbeispiel B

1 000 Gewichtsteile IPDI-Isocyanurat wurden mit 469 Gewichtsteilen ϵ -Caprolactam gemäß Beispiel 2.1 zur Reaktion gebracht.

	NCO frei	: <0,5 Gewichtsprozent
15	NCO blockiert	: 11,6 Gewichtsprozent
	Schmelzbereich	: 145 - 160 °C
	Glasumwandlungstemperatur (DTA):	110 - 125 °C

3. Herstellung der Polyester

20

Die Ausgangskomponenten - Terephthalsäure (Ts), Dimethylterephthalat (DMT), Hexandiol-1,6 (HD), Neopentylglykol (NPG), 1,4-Dimethylolcyclohexan (DMC) und Trimethylolpropan (TMP) - wurden in einen Reaktor gegeben und mit Hilfe eines Ölbad es erwärmt. Nachdem die Stoffe zum größten Teil aufgeschmolzen waren, wurden bei einer Temperatur von 160 °C 0,05 Gewichtsprozent Di-n-butylzinn-oxid als Katalysator zugesetzt. Die erste Methanolabspaltung trat bei einer Temperatur von ca. 170 °C auf. Innerhalb von sechs bis acht Stunden wurde die Temperatur auf 220 °C bis 230 °C erhöht und innerhalb weiterer 12 bis 15 Stunden die Reaktion zu Ende geführt. Der Polyester wurde auf 200 °C abgekühlt und durch Anlegen von Vakuum (1,3 mbar) innerhalb von 30 bis 45 Minuten weitgehend von flüchtigen Anteilen befreit. Während der gesamten Reaktionszeit

30

wurde das Sumpfprodukt gerührt und ein schwacher N_2 -Strom durch das Reaktionsgemisch geleitet.

Die Tabelle 1 gibt die Zusammensetzungen und die entsprechenden physikalischen und chemischen Kenndaten der eingesetzten Polyester an.

Tabelle 1

Zusammensetzung und Eigenschaften der Polyester

	Beispiel 3.1	Beispiel 3.2	Beispiel 3.3
Komponenten der Polyester			
Ts (Mol)	9	10	12
DMT (Mol)	9	10	12
IHD (Mol)	3	6,25	6,75
NPG (Mol)	13	10,5	11,5
DMC (Mol)	3	2	5
TMP (Mol)	1	2,9	3
Chemische und physikalische Kenndaten			
OH-Zahl (mg KOH/g)	50 - 56	55 - 60	56 - 61
Säurezahl (mg KOH/g)	3 - 4	3 - 4	3 - 4
Schmelzpunkt ($^{\circ}C$)	ca. 70	ca. 75	ca. 80
Glasumwandlungstemperatur (DTA, $^{\circ}C$)	ca. 50	ca. 50	ca. 55
Viskosität bei 160 $^{\circ}C$ (mPa·s)	10 000	25 000	16 000

4. Pulverlacke

Allgemeine Herstellungsvorschrift:

Die gemahlenen Produkte, Härter, Polyester, Verlaufmittel-Masterbatch* und/oder Katalysator-Masterbatch** werden gegebenenfalls mit Weißpigment und Füllstoffen in einem Kollergang innig gemischt

und anschließend im Extruder bei 100 bis 130 °C homogenisiert. Nach dem Erkalten wird das Extrudat gebrochen und mit einer Stiftmühle auf eine Korngröße von weniger als 100 µm gemahlen. Das so hergestellte Pulver wird mit einer elektrostatischen Pulverspritze bei 5 60 kV auf entfettete, gegebenenfalls vorbehandelte, Eisenbleche appliziert und in einem Umlufttrockenschrank bei Temperaturen zwischen 180 und 200 °C eingebrannt.

* Verlaufmittel-Masterbatch

10 Es werden 10 Gewichtsprozent des Verlaufmittels - ein handelsübliches Copolymeres von Butylacrylat und 2-Ethylhexylacrylat - in dem entsprechenden Polyester in der Schmelze homogenisiert und nach dem Erstarren zerkleinert.

15 ** Katalysator-Masterbatch

Es werden 5 Gewichtsprozent des Katalysators, hier Di-n-butylzinndilaurat, in dem entsprechenden Polyester in der Schmelze homogenisiert und nach dem Erstarren zerkleinert.

20 Die Abkürzungen in den folgenden Tabellen bedeuten:

SD	= Schichtdicke in µm
HK	= Härte nach König in sec (DIN 53 157)
HB	= Härte nach Buchholz (DIN 53 153)
ET	= Tiefung nach Erichsen in mm (DIN 53 156)
25 GS	= Gitterschnittprüfung (DIN 53 151)
GG 60 °*	= Messung des Glanzes nach Gardner (ASTM-D 523)
Imp. rev.	= Impact reverse in inch·lb $\hat{=}$ 11,52 g·m

Beispiel 4.1

30

Entsprechend der allgemeinen Arbeitsvorschrift unter 4. wurde ein Pulverlack mit folgender Rezeptur hergestellt, appliziert und zwischen 180 und 200 °C eingebrannt:

407,4 Gewichtsteile Polyester gemäß Beispiel 3.1

142,6 Gewichtsteile Härter gemäß Beispiel 2.1

400,0 Gewichtsteile Weißpigment (TiO_2)

50,0 Gewichtsteile Verlaufmittel-Masterbatch

5

Einbrennbedingungen	Mechanische Kenndaten						
	Zeit/Temp. min/°C	SD	HK	HB	ET	GS	Imp. rev. 60 °
10	8 /200	60 - 75	184	100	4,1 - 4,8	0	20
	10 /200	70	187	111	5,2 - 5,5	0	40
	12 /200	70 - 85	188	100	5,4 - 5,7	0	50
	15 /180	70 - 80	185	111	4,1 - 4,3	0	20
	20 /180	60 - 80	189	111	4,4 - 4,9	0	30
15	25 /180	75 - 95	190	100	4,7 - 5,0	0	30

Beispiel 4.2

(Analog zu Beispiel 4.1)

20 405,6 Gewichtsteile Polyester gemäß Beispiel 3.2

144,4 Gewichtsteile Härter gemäß Beispiel 2.1

) 400,0 Gewichtsteile Weißpigment (TiO_2)

50,0 Gewichtsteile Verlaufmittel-Masterbatch

25

Einbrennbedingungen	Mechanische Kenndaten						
	Zeit/Temp. min/°C	SD	HK	HB	ET	GS	Imp. rev. 60 °
	8 /200	70 - 80	178	111	2,7 - 3,9	0	10
30	10 /200	85	180	100	3,3 - 4,6	0	20
	12 /200	80 - 95	182	111	3,6 - 4,8	0	30
	15 /180	80 - 90	181	100	2,4 - 3,5	0	10
	20 /180	70 - 95	180	111	3,1 - 4,0	0	20
	25 /180	75 - 90	183	111	3,8 - 4,4	0	30

- 18 -
- 15 -

3328131 O.Z. 3914

Beispiel 4.3

(Analog zu Beispiel 4.1)

- 5 308,6 Gewichtsteile Polyester gemäß Beispiel 3.1
141,4 Gewichtsteile Härter gemäß Beispiel 2.1
400,0 Gewichtsteile Weißpigment (TiO_2)
50,0 Gewichtsteile Verlaufmittel-Masterbatch
100,0 Gewichtsteile Katalysator-Masterbatch

10

Einbrennbe- dingungen	Mechanische Kenndaten						
	Zeit/Temp. min/°C	SD	HK	HB	ET	GS	Imp. rev. GG 60 °
15	8 /200	70 - 95	178	111	2,9 - 3,5	0	10 30
	10 /200	80 - 95	182	111	3,3 - 4,1	0	10 32
	12 /200	90	182	125	3,6 - 4,4	0	30 32
	15 /180	70 - 90	184	100	2,5 - 2,9	0	10 33
	20 /180	70 - 90	183	111	3,4 - 3,7	0	20 31
20	25 /180	80 - 95	180	111	4,1 - 4,4	0	20 34

Beispiel 4.4

(Analog zu Beispiel 4.1)

25

- 445,5 Gewichtsteile Polyester gemäß Beispiel 3.1
154,5 Gewichtsteile Härter gemäß Beispiel 2.1
350,0 Gewichtsteile Weißpigment (TiO_2)
50,0 Gewichtsteile Verlaufmittel-Masterbatch

Einbrennbe- dingungen	Mechanische Kenndaten						
	Zeit/Temp. min/°C	SD	HK	HB	ET	GS	Imp. rev. GG 60 °/s
5	8 /200	70 - 90	180	100	5,3 - 5,7	0	30 60
	10 /200	60 - 80	183	111	5,4 - 5,9	0	50 60
	12 /200	65 - 90	182	111	5,8 - 6,7	0	50 58
	15 /180	70 - 80	186	111	4,4 - 4,9	0	10 57
	20 /180	70 - 80	184	111	5,1 - 5,6	0	30 59
10	25 /180	80 - 95	184	111	5,7 - 5,9	0	40 60

Beispiel 4.5

(Analog zu Beispiel 4.1)

443,5 Gewichtsteile Polyester gemäß Beispiel 3.2

156,5 Gewichtsteile Härter gemäß Beispiel 2.1

350,0 Gewichtsteile Weißpigment (TiO₂)

50,0 Gewichtsteile Verlaufmittel-Masterbatch

Einbrennbe- dingungen	Mechanische Kenndaten						
	Zeit/Temp. min/°C	SD	HK	HB	ET	GS	Imp. rev. GG 60 °/s
25	8 /200	60 - 80	180	100	3,0 - 3,9	0	10 15
	10 /200	70 - 80	179	111	3,6 - 4,7	0	20 18
	12 /200	70 - 90	184	100	4,4 - 5,2	0	40 16
	15 /180	65 - 90	182	111	2,8 - 3,4	0	10 14
	20 /180	70 - 80	182	111	3,6 - 4,0	0	20 14
30	25 /180	70 - 95	184	111	4,2 - 4,9	0	30 15

Beispiel 4.6

(Analog zu Beispiel 4.1)

- 5 404,7 Gewichtsteile Polyester gemäß Beispiel 3.3
145,3 Gewichtsteile Härter gemäß Beispiel 2.1
400,0 Gewichtsteile Weißpigment (TiO_2)
50,0 Gewichtsteile Verlaufmittel-Masterbatch

Einbrennbe- dingungen	Mechanische Kenndaten						
	Zeit/Temp. min/°C	SD	HK	HB	ET	GS	Imp. rev. GG 60 °
15	8 /200	70 - 90	179	100	4,1 - 4,9	0	10 30
	10 /200	60 - 80	181	100	4,9 - 5,7	0	30 33
	12 /200	70 - 80	178	111	5,4 - 5,8	0	50 29
	15 /180	75 - 95	178	111	3,9 - 4,4	0	10 32
	20 /180	70 - 90	180	100	4,2 - 4,7	0	20 32
	25 /180	70 - 85	183	111	4,6 - 5,1	0	50 34

20

Beispiel 4.7

(Analog zu Beispiel 4.1)

- 25 305,9 Gewichtsteile Polyester gemäß Beispiel 3.3
144,1 Gewichtsteile Härter gemäß Beispiel 2.1
400,0 Gewichtsteile Weißpigment (TiO_2)
50,0 Gewichtsteile Verlaufmittel-Masterbatch
100,0 Gewichtsteile Katalysator-Masterbatch

Einbrennbedingungen	Mechanische Kenndaten						
	Zeit/Temp. min/°C	SD	HK	HB	ET	GS	Imp. rev. GG 60 °
5	8 /200	60 - 80	178	100	3,7 - 3,9	0	10 30
	10 /200	70 - 90	180	100	3,5 - 4,4	0	20 32
	12 /200	70 - 85	179	100	4,2 - 4,6	0	20 29
	15 /180	70 - 95	177	100	3,2 - 3,6	0	20 29
	20 /180	65 - 85	179	111	3,7 - 4,0	0	20 32
10	25 /180	70 - 80	178	100	4,2 - 4,5	0	30 30

Beispiel 4.8

(Analog zu Beispiel 4.1)

15

405,9 Gewichtsteile Polyester gemäß Beispiel 3.1

144,1 Gewichtsteile Härter gemäß Beispiel 2.2

400,0 Gewichtsteile Weißpigment (TiO₂)

50,0 Gewichtsteile Verlaufmittel-Masterbatch

20

Einbrennbedingungen	Mechanische Kenndaten						
	Zeit/Temp. min/°C	SD	HK	HB	ET	GS	Imp. rev. GG 60 °
25	8 /200	70 - 90	180	100	3,7 - 4,0	0	10 51
	10 /200	70 - 85	182	100	4,4 - 4,9	0	30 56
	12 /200	60 - 80	179	111	5,1 - 5,3	0	40 53
	15 /180	70 - 80	181	111	3,8 - 4,0	0	10 52
	20 /180	60 - 85	181	111	4,0 - 4,3	0	20 52
30	25 /180	75 - 90	178	125	4,4 - 5,0	0	30 54

-17-

-19-

3328131 O.Z. 3914

Beispiel 4.9

(Analog zu Beispiel 4.1)

- 5 404 Gewichtsteile Polyester gemäß Beispiel 3.2
 146 Gewichtsteile Härter gemäß Beispiel 2.2
 400 Gewichtsteile Weißpigment (TiO_2)
 50 Gewichtsteile Verlaufmittel-Masterbatch

10

Einbrennbe- dingungen	Mechanische Kenndaten						
	Zeit/Temp. min / °C	SD	HK	HB	ET	GS	Imp. rev. GG 60 °
15	8 / 200	80 - 95	176	100	2,2 - 3,1	0	10 9
	10 / 200	80 - 100	178	111	2,8 - 3,8	0	20 11
	12 / 200	70 - 95	175	111	3,7 - 4,5	0	20 10
	15 / 180	70 - 80	180	100	2,0 - 3,0	0	<10 12
	20 / 180	70 - 85	177	100	2,8 - 3,8	0	20 10
	25 / 180	80 - 90	179	111	3,4 - 4,1	0	20 10

20

Beispiel 4.10

(Analog zu Beispiel 4.1)

- 25 400,1 Gewichtsteile Polyester gemäß Beispiel 3.1
 149,9 Gewichtsteile Härter gemäß Beispiel 2.3
 400,0 Gewichtsteile Weißpigment (TiO_2)
 50,0 Gewichtsteile Verlaufmittel-Masterbatch

Einbrennbe- dingungen	Mechanische Kenndaten						
	Zeit/Temp. min/°C	SD	HK	HB	ET	GS	Imp. rev. GG 60 °
5	8 /200	70 - 80	180	100	4,6 - 5,1	0	30 64
	10 /200	80	183	111	5,7 - 6,0	0	50 60
	12 /200	65 - 85	180	100	6,1 - 6,3	0	60 62
	15 /180	60 - 75	179	100	4,7 - 4,9	0	30 63
	20 /180	70 - 80	184	100	4,8 - 5,3	0	40 61
10	25 /180	70 - 80	183	111	5,4 - 6,0	0	60 64

Beispiel 4.11

(Analog zu Beispiel 4.1)

398,2 Gewichtsteile Polyester gemäß Beispiel 3.2

151,8 Gewichtsteile Härter gemäß Beispiel 2.3

400,0 Gewichtsteile Weißpigment (TiO₂)

50,0 Gewichtsteile Verlaufmittel-Masterbatch

Einbrennbe- dingungen	Mechanische Kenndaten						
	Zeit/Temp. min/°C	SD	HK	HB	ET	GS	Imp. rev. GG 60 °
25	8 /200	70 - 80	185	100	3,0 - 3,9	0	20 25
	10 /200	60 - 80	187	100	3,6 - 4,9	0	40 27
	12 /200	60 - 70	182	100	4,1 - 5,1	0	50 22
	15 /180	70 - 80	186	100	2,7 - 3,8	0	10 24
	20 /180	70 - 80	180	100	2,9 - 3,7	0	30 26
30	25 /180	75	183	111	3,6 - 4,8	0	50 28

Beispiel 4.12

(Analog zu Beispiel 4.1)

- 5 397,2 Gewichtsteile Polyester gemäß Beispiel 3.3
 152,8 Gewichtsteile Härter gemäß Beispiel 2.3
 400,0 Gewichtsteile Weißpigment (TiO_2)
 50,0 Gewichtsteile Verlaufmittel-Masterbatch

Einbrennbe- dingungen	Mechanische Kenndaten						
	Zeit/Temp. min/°C	SD	HK	HB	ET	GS	Imp. rev. GG 60 °
15	8 /200	60 - 85	180	100	4,4 - 5,1	0	20 50
	10 /200	65 - 95	177	100	3,8 - 4,9	0	40 54
	12 /200	70 - 95	181	100	5,2 - 6,0	0	50 53
	15 /180	80 - 95	176	100	3,9 - 4,5	0	20 52
	20 /180	70 - 85	180	100	4,2 - 4,9	0	40 50
20	25 /180	70 - 90	175	100	4,6 - 5,7	0	40 55

Beispiel 4.13

(Analog zu Beispiel 4.1)

- 25 397,4 Gewichtsteile Polyester gemäß Beispiel 3.1
 152,6 Gewichtsteile Härter gemäß Beispiel 2.4
 400,0 Gewichtsteile Weißpigment (TiO_2)
 50,0 Gewichtsteile Verlaufmittel-Masterbatch

Einbrennbe- dingungen	Mechanische Kenndaten						
	Zeit/Temp. min/°C	SD	HK	HB	ET	GS	Imp. rev. GG 60 °
5	8 /200	60 - 70	183	100	5,7 - 6,8	0	>82 72
	10 /200	60 - 80	180	100	6,3 - 7,0	0	70 72
	12 /200	60 - 70	178	100	8,3 - 8,5	0	70 70
	15 /180	50 - 70	185	100	6,5 - 7,7	0	50 70
	20 /180	60 - 80	188	111	6,6 - 7,3	0	40 72
10	25 /180	70	184	100	7,7 - 8,3	0	70 74

Beispiel 4.14

(Analog zu Beispiel 4.1)

395,5 Gewichtsteile Polyester gemäß Beispiel 3.2

154,5 Gewichtsteile Härter gemäß Beispiel 2.4

400,0 Gewichtsteile Weißpigment (TiO₂)

50,0 Gewichtsteile Verlaufmittel-Masterbatch

Einbrennbe- dingungen	Mechanische Kenndaten						
	Zeit/Temp. min/°C	SD	HK	HB	ET	GS	Imp. rev. GG 60 °
25	8 /200	70 - 90	179	100	3,4 - 4,0	0	20 50
	10 /200	80 - 90	186	111	3,6 - 4,8	0	40 54
	12 /200	70 - 80	182	100	4,4 - 5,5	0	40 53
	15 /180	60 - 90	180	111	3,0 - 3,8	0	10 56
	20 /180	70 - 90	188	111	3,4 - 4,0	0	40 52
30	25 /180	80 - 95	184	100	3,8 - 4,8	0	30 54

Vergleichsbeispiel C

(Analog zu Beispiel 4.1)

- 5 412 Gewichtsteile Polyester gemäß Beispiel 3.1
 138 Gewichtsteile Härter gemäß Vergleichsbeispiel A
 400 Gewichtsteile Weißpigment (TiO_2)
 50 Gewichtsteile Verlaufmittel-Masterbatch

10	Einbrennbe- dingungen	Mechanische Kenndaten						
		SD	HK	HB	ET	GS	Imp. rev.	GG 60 °
	8 /200	70 - 90	120	91	1,1 - 2,2	0	<10	5
15	10 /200	80	118	100	1,4 - 2,4	0	<10	2
	12 /200	80	150	100	2,2 - 2,5	0	10	4
	15 /180	70 - 90	130	100	0,8 - 1,7	0	<10	6
	20 /180	60 - 90	131	91	1,2 - 1,9	0	<10	1
	25 /180	75 - 95	126	100	0,8 - 2,1	0	10	4

20

Vergleichsbeispiel D

(Analog zu Beispiel 4.1)

- 25 386,9 Gewichtsteile Polyester gemäß Beispiel 3.1
 163,1 Gewichtsteile Härter gemäß Vergleichsbeispiel B
 400,0 Gewichtsteile Weißpigment (TiO_2)
 50,0 Gewichtsteile Verlaufmittel-Masterbatch

Einbrennbedingungen	Mechanische Kenndaten						
	Zeit/Temp. min / °C	SD	HK	HB	ET	GS	Imp. rev. GG 60 °
5	8 / 200	60 - 80	190	111	5,8 - 8,3	0	20 75
	10 / 200	70 - 90	195	111	7,5 - 9,1	0	50 79
	12 / 200	65 - 85	193	111	7,2 - 8,9	0	40 76
10	15 / 180	70 - 90	192	111	4,9 - 6,1	0	30 80
	20 / 180	60 - 80	196	100	5,7 - 7,2	0	20 79
	25 / 180	70 - 85	191	111	6,4 - 8,1	0	50 82

Vergleichsbeispiel E

(Analog zu Beispiel 4.1)

420 Gewichtsteile Polyester 3353*
130 Gewichtsteile Härter B 1530*
200 Gewichtsteile Weißpigment (TiO₂)
50 Gewichtsteile Verlaufmittel-Masterbatch

200 Gewichtsteile DURCAL® 5**

* Hersteller: Chemische Werke Hüls AG, Marl

** Hersteller: Fa. Omya, Köln

Einbrennbedingungen	Mechanische Kenndaten						
	Zeit/Temp. min / °C	SD	HK	HB	ET	GS	Imp. rev. GG 60 °
25	8 / 200	60 - 80	180	100	6,4 - 6,8	0	20 56
	10 / 200	70 - 90	178	111	6,9 - 7,2	0	40 58
	12 / 200	60 - 70	182	111	7,0 - 7,5	0	70 57
30	15 / 180	70 - 80	179	100	6,2 - 6,6	0	30 55
	20 / 180	80	176	111	6,8 - 7,1	0	50 59
	25 / 180	60 - 80	181	100	6,8 - 7,7	0	50 57

Vergleichsbeispiel F

(Analog zu Beispiel 4.1)

- 5 420 Gewichtsteile Polyester 3353*
 130 Gewichtsteile Härter B 1530*
 150 Gewichtsteile Weißpigment (TiO₂)
 50 Gewichtsteile Verlaufmittel-Masterbatch
 250 Gewichtsteile DURCAL® 5**

10 * Hersteller: Chemische Werke Hüls AG, Marl

** Hersteller: Fa. Omya, Köln

Einbrennbe- dingungen	Mechanische Kenndaten							
	Zeit/Temp. min/°C	SD	HK	HB	ET	GS	Imp. rev.	GG 60 °
15	8 /200	70 - 80	182	100	6,2 - 6,5	0	10	44
	10 /200	60 - 70	178	111	6,4 - 7,0	0	30	46
	12 /200	60 - 70	181	111	6,7 - 7,2	0	50	43
20	15 /180	70 - 85	181	100	5,9 - 6,2	0	10	45
	20 /180	80	177	111	6,0 - 6,7	0	20	45
	25 /180	70 - 80	182	111	6,4 - 7,0	0	40	46

2.1